

УДК 538.56:538.971

## ПОИСК ТОЧЕЧНЫХ ЭМИССИОННЫХ ЦЕНТРОВ МЕТОДАМИ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ НА КАТОДЕ МНОГОПРОВОЛОЧНОЙ ПРОПОРЦИОНАЛЬНОЙ КАМЕРЫ

© 2024 г. Г. Е. Гаврилов<sup>1,\*</sup>, М. Э. Бузоверя<sup>2</sup>, А. Ю. Архипов<sup>2</sup>, А. А. Дзюба<sup>1</sup>, И. А. Карпов<sup>2</sup>, О. Е. Маев<sup>1</sup>, М. В. Суясова<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение Петербургский институт ядерной физики имени Б.П. Константинова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Гатчина, Россия

<sup>2</sup> Федеральное государственное унитарное предприятие Российский федеральный ядерный центр Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики, Саров, Россия

\*e-mail: gavrilov\_ge@pnpi.nrcki.ru

Поступила в редакцию 24.11.2023

После доработки 24.03.2024

Принята к публикации 29.04.2024

Возникновение спонтанных самоподдерживающихся токов в многопроволочных пропорциональных камерах является постоянной проблемой в условиях долговременного интенсивного облучения детекторов в экспериментальных установках на Большом адронном коллайдере. Природа возникновения спонтанных токов исследована с использованием образцов катода камеры, где возникали такие токи. Разработанный комплекс методов атомно-силовой микроскопии позволил найти на катоде и исследовать центры токовой эмиссии.

*Ключевые слова:* атомно-силовая микроскопия, Мальтер-эффект, низкопороговая эмиссия электронов, многопроволочная пропорциональная камера

DOI: 10.31857/S0367676524080161, EDN: OPUHAR

### ВВЕДЕНИЕ

Радиационная стойкость многопроволочных пропорциональных камер (МПК) в экспериментальных установках Большого адронного коллайдера (БАК) — тема, остающаяся актуальной с момента их создания. Предполагаемая длительность работы этих детекторов составляет 20—30 лет. Многопроволочные пропорциональные камеры (МПК) для эксперимента LHCb (Large Hadron Collider beauty experiment) и CMS (Compact Muon Solenoid) на БАК создавались в российских научных центрах ОИЯИ (Дубна) и ПИЯФ (Гатчина). Конструкции и газовые смеси (Ar/CO<sub>2</sub>/CF<sub>4</sub>) детекторов были тщательно оптимизированы с целью минимизации эффектов, вызывающих деградацию рабочих характеристик — старения [1, 2]. Перед сборкой в установки МПК проходили предварительные тренировки с инвертированным высоким напряжением, чтобы исключить возникновение микропробоев и высоких темновых токов из-за остаточных технологических загрязнений. Выборочно в обоих экспериментах часть МПК тренировалась также под облучением высокоинтенсивного  $\gamma$ -источника <sup>137</sup>Cs (GIF — Gamma Irradiation Facility) ЦЕРН (Европейский центр ядерных исследований) [3, 4].

Только в нескольких плоскостях изготовленных МПК из-за технологических загрязнений были обнаружены спонтанные самоподдерживающиеся токи или эффект Мальтера (МЭ), которые затем были успешно подавлены путем высоковольтной тренировки, в том числе с инвертированным напряжением [5].

На сегодня спонтанные самоподдерживающиеся токи остаются основным проявлением деградации МПК мюонной системы LHCb. Появление аномально высокого тока  $\geq 50$  мкА, в десятки раз превышающего ток ионизации в МПК при работе коллайдера, приводит к аварийному выключению высоковольтного питания. Большой ток ускоряет старение анодных проволочек, находящихся вблизи центра эмиссии электронов на поверхности катода. В эксперименте этот эффект затронул уже до 8 % плоскостей регистрации МПК мюонного детектора с общей площадью 435 м<sup>2</sup> [6].

На сегодня наиболее распространенной причиной возникновения МЭ считается образование на катоде МПК тонких пленочных покрытий (толщиной 10—20 ангстрем) из кремния или высокорезистивных окислов меди. Источником кремниевых образований являются герметики, газовые уплотнения и загрязнения газовой

смеси [7]. Появление окислов меди связано, в основном, с диссоциацией  $\text{CO}_2$ , входящего в состав рабочей газовой смеси. Гранулы оксида меди  $\text{Cu}_2\text{O}$ , могут обладать высоким сопротивлением  $10^5$ – $10^8 \text{ Ом}\cdot\text{см}^{-1}$  и легко поляризуются во внешнем электрическом поле, что понижает работу выхода электронов с поверхности [8, 9]. Наличие  $\text{Cu}_2\text{O}$  даже на поверхности шлифованного катода, может быть источником фотонов электролюминесценции и электронов, если внешнее приложенное поле составляет  $E \sim 50 \text{ кВ}\cdot\text{см}^{-1}$  [10].

Целью работы является представление комплекса методов для поиска микроскопических центров эмиссии токов на катоде МПК, а также, для последующего анализа эмиссионных образований.

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗНИКНОВЕНИЯ МЭ

Исследования МЭ в МПК неоднократно проводились в рамках различных экспериментов. Как правило, это важно в стадии проектирования, когда спонтанные токи возникают в тестируемых на старение прототипах или в полномасштабных образцах детекторов [1–3]. Не является исключением и вынужденная ситуация, когда появление МЭ мешает эффективной работе эксперимента и угрожает выходом МПК из строя [11–13].

Традиционно для изучения причин возникновения спонтанных токов на поверхности катода используется сканирующая электронная микроскопия и методы рентгеноспектрального анализа. Это позволяет обнаружить произошедшие изменения морфологии поверхности катодной фольги или проволоочки и одновременно увидеть состав химических элементов и их соединений [13]. Распределение химических элементов на поверхности, измеренное этими методами, позволяет сделать предположение о механизме эмиссии электронов. Однако найти центр эмиссии, выяснить его происхождение и оценить величину тока по этим данным невозможно. Дело в том, что ток эмиссии с поверхности катода при появлении МЭ составляет всего 0.5–5 нА. Наблюдаемый при этом ток в МПК составляет  $I_{MЭ} \sim 10$ – $100 \text{ мкА}$  и является результатом усиления эмиссионного тока у анодной проволоочки, где коэффициент газового усиления достигает  $G \sim 5 \cdot 10^4$ . Размеры структур — источников эмиссионного тока составляют  $10^{-6}$ – $10^{-9} \text{ м}$ . В этом случае в приповерхностной структуре на катоде (обычно на меди) образуется локализованное электрическое поле, вызывающее достаточный разогрев электронов для преодоления потенциального барьера или туннелирования сквозь него на поверхность [14, 15].

Для точного нахождения центров эмиссии необходимо измерять и электрофизические характеристики поверхности. Сильное окисление меди и присутствие кремния на катоде не являются достаточными факторами для появления токов МЭ в МПК. Так, в МПК спектрометра установки HERMES (DESY — немецкий электронный синхротрон) МЭ токи возникли

через 7 лет работы при аккумулярованном заряде всего  $Q \sim 10 \text{ мкКл}\cdot\text{см}^{-1}$  [13]. С другой стороны, полномасштабная МПК мюонной системы CMS после 6 месяцев облучения  $\beta$ -источником  $^{137}\text{Cs}$  и накопленном заряде  $Q \approx 0.4 \text{ Кл}\cdot\text{см}^{-1}$  продемонстрировала отсутствие МЭ [16]. Позже прототип МПК CMS ( $200 \times 200 \text{ мм}$ ) после облучения  $\beta$ -источником  $^{90}\text{Sr}$   $Q \approx 1.36 \text{ Кл}\cdot\text{см}^{-1}$  и опять без возникновения МЭ [17]. При этом следы кремния и сильное окисление поверхности катода наблюдались на электродах всех перечисленных детекторов.

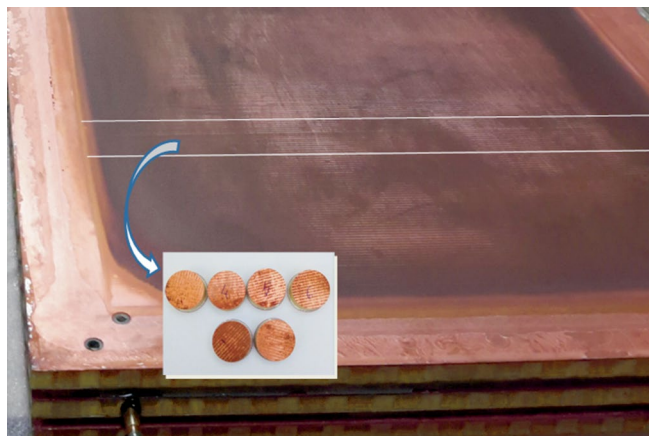
Можно предположить, что в нормальных условиях при продуве МПК газовой смесью  $\text{Ar}/\text{CO}_2/\text{CF}_4$  на катоде идет процесс медленного осаждения из газовой фазы продуктов диссоциации в лавинном разряде у анода молекул  $\text{CO}_2$  и  $\text{CF}_4$ . Процессы структурирования абсорбированных молекул идут одновременно с окислением медного основания катода в условиях облучения и внешнего электрического поля. По-видимому, этот процесс аналогичен тому, что происходит в лабораторных условиях, когда методами осаждения целенаправленно формируются нанокремнистые низкопороговые эммитеры электронов (обычно при высокой температуре, пониженном давлении и в электрическом поле) [14, 15]. В МПК формирование эмиссионных структур имеет неконтролируемый спорадический характер, что объясняет сравнительно малую статистику появления МЭ в детекторах с общей площадью в сотни квадратных метров [6].

## ОБЪЕКТ ИССЛЕДОВАНИЯ

Объектом исследования в работе стал модуль (M5R4\_FIR037), состоящий из 4 плоскостей МПК мюонной системы LHCb. В эксперименте он демонстрировал появление спонтанных токов на уровне  $I_{MЭ} \sim 30$ – $50 \text{ мкА}$  в одной из четырех плоскостей. Именно из этой плоскости после разборки модуля на катодах были взяты образцы поверхности [6].

Исследуемый модуль проработал в эксперименте около 8 лет. Загрузка на единицу длины анодной проволоочки составляла  $70 \text{ Гц}\cdot\text{см}^{-1}$ , при этом ионизационный ток на плоскость детектора составлял  $I \leq 1 \text{ мкА}$ . Расположение зоны эмиссии на катоде МПК было определено по положению полосы из 8 объединенных анодных проволоочек, где при равномерной засветке входного окна детектора наблюдался аномально высокий счет.

На рис. 1 показана катодная плоскость после полной разборки детектора. Практически вся поверхность выглядит окисленной. Видно, что осаждение из газовой смеси на катод происходит в электрическом поле непосредственно вдоль анодных проволоочек, образуя черные полосы на поверхности медной фольги. Размытые осадков по краям катодной рамы, видимо, связано с турбулентностью прохождения газовой смеси в зазоре МПК — 5 мм. Зона, выделенная



**Рис. 1.** Катодная панель после разборки МПК. Белыми линиями выделена зона, где находится центр эмиссии электронов. Вставка — образцы поверхности катода.

двумя белыми линиями, является областью предположительного нахождения точки эмиссии. Здесь спонтанный ток с катода над полосой из восьми анодных проволочек вызвал аномально большое число срабатываний. В этой зоне для исследования с поверхности катода были вырезаны диски диаметром 23 мм (рис. 1, вставка внизу). Несколько образцов было взято также и на удалении ~ 20 см от выделенной полосы.

### ПОИСК ЦЕНТРОВ ЭМИССИИ ОПТИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Сканирование поверхности катода с помощью оптического микроскопа с 50-кратным увеличением не дало указаний на наличие точек эмиссии. Были обнаружены пыль и дефекты поверхности технологического характера: царапины, следы протяжки на электролитическом устройстве. В ходе последующего исследования было выяснено, что источником частиц пыли в первую очередь являются стеклопластик и полиуретан, из которого выполнена катодная панель МПК.

В целом, под микроскопом медная фольга катода выглядела рыхлой. В условиях внешнего электрического поля ( $E_{cath} \sim 5 \text{ кВ}\cdot\text{см}^{-1}$ ) и относительно медленного потока газа, когда за сутки сменяется 2—3 газовых объема МПК, это свойство поверхности является благоприятным для хемосорбции на катоде продуктов диссоциации молекул газовой смеси, образовавшихся у анодных проволочек.

### ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ МЕТОДОМ РЕЗЕРФОРДОВСКОГО ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ

Для обнаружения зон, где могут находиться эмиссионные центры, анализ состава и распределения

химических элементов был выполнен методом резерфордовского обратного рассеяния (RBS — Rutherford backscattering spectrometry) на большой площади катода, как в зоне МЭ, так и на удалении от нее.

В ходе измерений комплекс «Микрозонд» — ЭГП-10 работал в следующем режиме: энергия пучка — 4 МэВ; ток протонов на образцах — 0.01 нА; размер пучка на образце —  $30 \times 30$  мкм. Площадь сканирования —  $300 \times 300$  мкм, шаг сканирования 5 мкм. Карты распределения элементов на поверхности образцов были построены на основе привязки положения пучка протонов к энергии протонов обратного рассеяния в каждой точке сканирования.

RBS-метод на установке «Микрозонд» обеспечил, как высокую чувствительность измерений (до  $10^{-5}$ ), так и анализ распределения элементов по глубине медной фольги катода.

Элементный анализ показал, что глубина проникновения кислорода и углерода в медную фольгу катода не превышает 2 мкм. Содержание кислорода в приповерхностном слое на глубине  $\leq 0.4$  мкм оказалось сопоставимым как в зоне поиска МЭ так и вне ее и составило 75—80%. Зато содержание углерода в зоне МЭ — 15% оказалось в три раза больше, чем у образцов, взятых на удалении — 5%, что указывает на большую возможность формирования здесь графитоподобных пленочных структур. Отличительным признаком для МЭ-образцов стало также и присутствие на поверхности фтора, для которого глубина проникновения в медь составила только 0.2 мкм.

Обработка RBS-спектров показала, что на поверхности размером  $30 \times 30$  мкм находятся островковые участки с повышенным содержанием углерода, кислорода и фтора на медной подложке. Островки подобных образований в сочетаниях фтор-кислород-углерод, фтор-углерод, фтор и кислород были обнаружены преимущественно в зоне МЭ. В некоторых точках содержание фтора на поверхности достигало около 10%.

Наличие фтора на уровне 5—10% говорит о наличии фтор-углеродных соединений —  $\text{CF}_n$ , которые в сочетании с графитоподобными образованиями способны в электрическом поле сформировать центры низкопороговой эмиссии электронов [15]. Хорошим подтверждением этого предположения является наблюдаемое согласие величин тока эмиссии на катоде МПК (0.5—2 нА) и тока эмиттеров, создаваемых в лабораториях (0.1—5 нА) на основе фтор-углеродных соединений. Поэтому очевидным продолжением поиска центров эмиссии на катоде МПК стало исследование структур на поверхности образцов методом рамановской спектроскопии.

### СТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МЕТОДОМ РАМАНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Метод рамановской спектроскопии, или комбинационного рассеяния света (КР), является наиболее

эффективным методом для исследования структурных образований и идентификации молекул при исследованиях различных углеродных соединений. Из десятков образцов катода именно этот метод позволил выбрать для дальнейшего анализа только несколько единиц наиболее интересных с точки зрения возможных эмиссионных свойств.

Анализ состава микрочастиц и микроструктурированных объектов на образцах катода был выполнен на приборе Ntegra-Spectra. Длина волны лазера составляла 532 нм, мощность — 22 мВт. Исследования были нацелены на обнаружение графитовых или графеновых структур, которые, как правило, являются указанием на образование низкопороговых центров эмиссии электронов на медной фольге катода. Как графитоподобные соединения, так и графен широко используются при создании источников низкопороговой эмиссии электронов [14, 15, 19, 20].

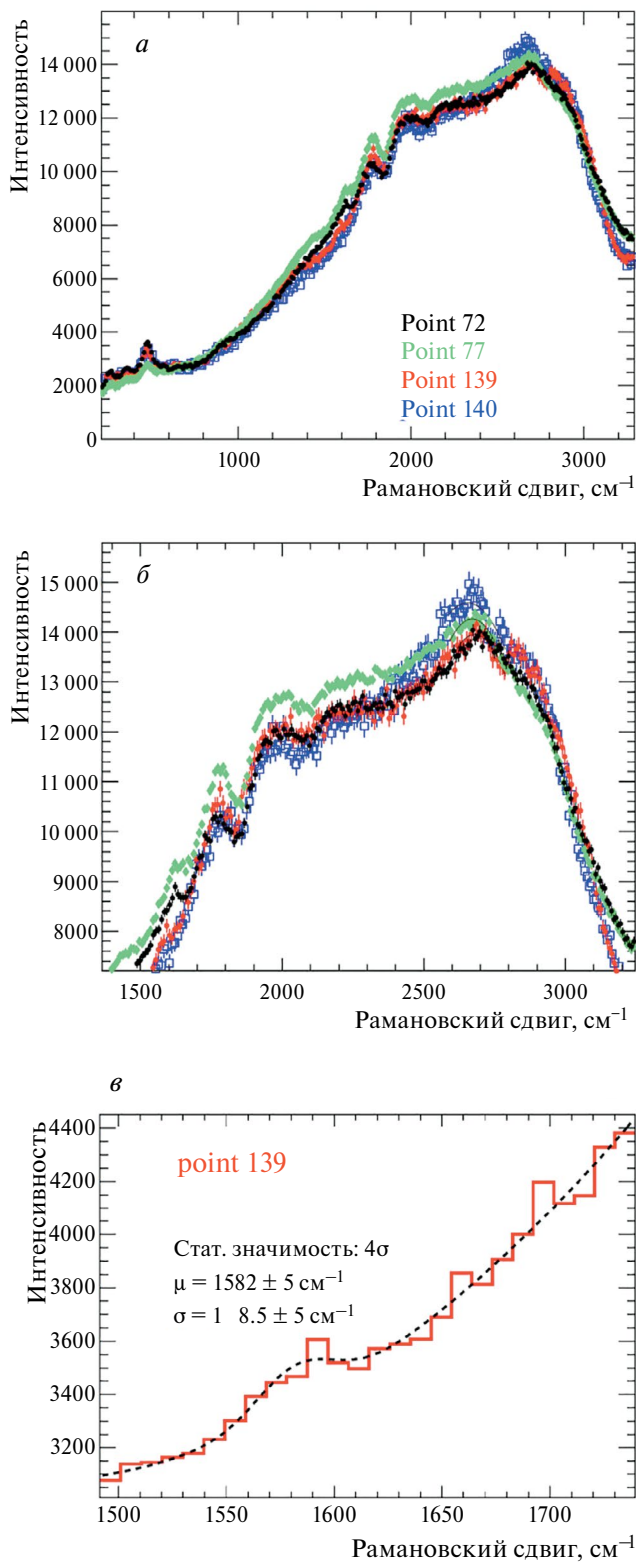
Проведенный анализ КР-спектров на поверхности образцов, выявил, что вне зависимости от образца в спектрах присутствует интенсивный максимум люминесценции, вследствие чего накопление сигнала комбинационного рассеяния затруднено. Поэтому время экспозиции было оптимизировано, так чтобы КР-сигнал от каждой точки регистрировался с приемлемым соотношением сигнал/шум.

На рис. 2а показаны КР-спектры в диапазоне 0–3200 см<sup>-1</sup>, где обнаружены наноуглеродные структуры, указывающие на наличие эмиссионных центров. В области 100–700 см<sup>-1</sup> видны моды колебаний, соответствующие оксидам меди CuO, Cu<sub>2</sub>O и Cu(OH)<sub>2</sub>. Спектры в области 1000–3200 см<sup>-1</sup> характеризуются широким фоновым распределением, на котором выделяются более узкие максимумы, соответствующие вкладам различных соединений. Сложная форма фонового распределения не позволила надежно установить характерную ширину этих максимумов из-за большой систематической неопределенности параметров аппроксимации спектра.

Поэтому для обнаружения эмиссионных центров на основе наноуглеродных структур и их идентификации было использовано наличие комбинации пиков. КР-спектр в графите и в графене при использовании зелёного лазера характеризуется двумя наиболее заметными пиками, связанными с наличием C—C связей.

Первый, G-пик расположен вблизи 1582 см<sup>-1</sup>. Данный пик наблюдается в различных соединениях: аморфный углерод, графит, а также в углеродных плёнках, полученных методами распыления и напыления [20].

Второй, 2D-пик, с рамановским сдвигом 2700 см<sup>-1</sup>, связан с наличием гексагональных углеродных циклов и имеет у графена симметричную острую форму, а у графита раздвоенную форму с меньшей амплитудой. Из-за значительного вклада фона точная идентификация этих наноуглеродных материалов



**Рис. 2.** КР-спектры в различных точках поверхности катодных образцов: а — КР-спектры в диапазоне 0–3200 см<sup>-1</sup>, где обнаружены наноуглеродные структуры, указывающие на наличие эмиссионных центров; б — те же КР-спектры в диапазоне 1400–3200 см<sup>-1</sup>; в — КР-спектр в точке (point 139), где с достоверностью 4σ выделен G-пик — 1582 см<sup>-1</sup>.

по амплитуде и форме пиков КР-спектру весьма затруднительна.

На рис. 2б приведены четыре КР-спектра в точках на поверхности, где было обнаружено указание на линию G-пика —  $1580 \text{ см}^{-1}$ . Сигнал аппроксимировался нормальным распределением, все параметры которого являлись свободными параметрами модели. Фоновое распределение описывалось полиномом второго порядка. Аппроксимация КР-сигнала проводилась методом хи-квадрат ( $\chi^2$ ). В результате, только в одной точке (рис. 2в) статистическая значимость указания на присутствие в КР-спектре линии  $1580 \text{ см}^{-1}$  составила четыре стандартных отклонения. В связи с этим особый интерес представляли КР-спектры вблизи  $2700 \text{ см}^{-1}$  (линия 2D), где экспериментальные данные свидетельствуют о наличии пика, который интерпретируется, как группа близко лежащих линий. Положения максимума, полученные методом аппроксимации параболой, приведены в табл. 1. Следует отметить, что полученные численные значения зависят от интервала, в котором проводилась аппроксимация.

**Таблица 1.** Положения максимума, полученные методом аппроксимации параболой

Точка измерения спектра (Point)	Пик с интервалом аппроксимации $2550\text{—}2800 \text{ см}^{-1}$ (Peak 1)	Пик с интервалом аппроксимации $2600\text{—}2750 \text{ см}^{-1}$ (Peak 2)
Point 72	2700	2697
Point 77	2644	2670
Point 139	2703	2680
Point 140	2666	2654

Таким образом, рамановский анализ состава микроструктурных объектов на катоде дал указание на наличие графитоподобного образования на поверхности образца. Но точечное обнаружение и изучение электрофизических свойств возможного центра эмиссии стало возможным только с применением методов атомно-силовой микроскопии АСМ.

## ОБНАРУЖЕНИЕ ЦЕНТРОВ ЭМИССИИ МЕТОДАМИ АСМ

### Схема исследования

Современная сканирующая атомно-силовая микроскопия позволяет не только контролировать структуру поверхности на микро- и нано- уровне, но и одновременно проводить измерение их локальных свойств. Возможность одновременного картирования поверхности по морфологии, фазовому состоянию, распределению токов и сил адгезии на одном изображении образца стала определяющим моментом для проведения исследования

образцов по классической цепочке: состав → структура → свойства.

Локализация на поверхности образцов точечных (островковых) углеродных наноструктур, обладающих способностью к эмиссии электронов в электрическом поле детектора ( $E_{cath} \sim 5000 \text{ В}\cdot\text{см}^{-1}$ ), выполнялась путем последовательного применения методов АСМ, включая полуконтактные топографические и фазовые измерения, а также контактные измерения токовых характеристик и микромеханических свойств. Уникальность схемы исследования стало стабильное несменяемое положение образцов и использование одного кантилевера во всех фазах исследований, что обеспечивало работу с одним и тем же изображением на поверхности. Измерение всего комплекса характеристик поверхности образцов катода, как в контактной моде режима, так и полуконтактной было выполнено на СЗМ Solver Next производства ОАО «НТ-МДТ» (Зеленоград) при нормальных условиях токопроводящими зондами NSG 10/TiN.

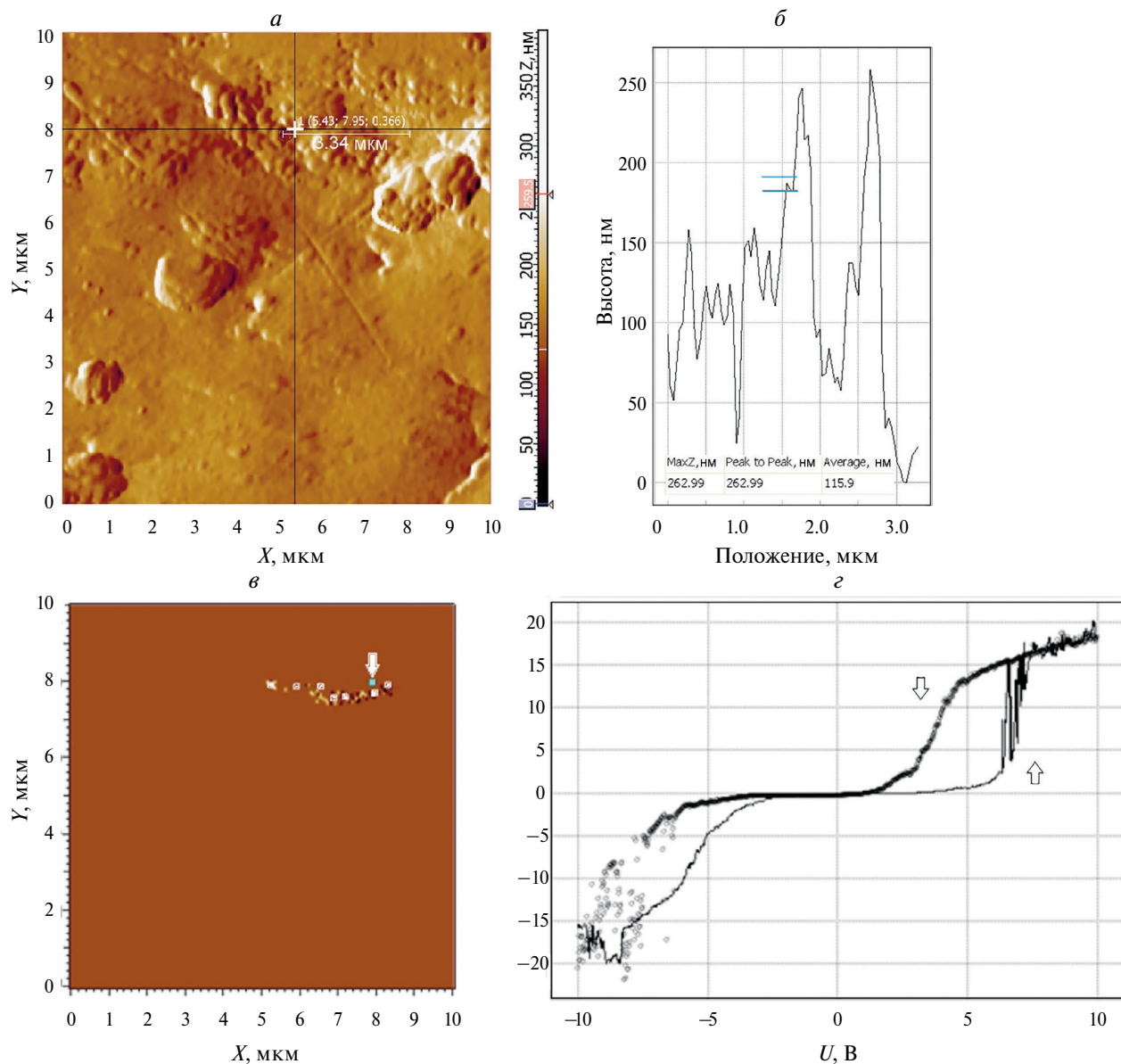
Образцы для поиска центров электронной эмиссии были предварительно отобраны методами RBS и рамановского анализа. На первом этапе в полуконтактном режиме АСМ (анализ топографии поверхности и фазовый контраст) на поверхности образца выявлялись зоны, где можно было обнаружить островковые образования с отличающейся от материала катода структурой. Затем для изучения эмиссионной способности испускания электронов выявленная зона сканировалась в контактном режиме в моде отображения сопротивления растекания. В области с наибольшими значениями токов растекания для обнаружения эмиссионного тока точно измерялись вольтамперные характеристики (ВАХ). Для контрольной проверки выявленной точки эмиссии в моде силовой спектроскопии было проведено изучение микромеханических свойств поверхности в контактном режиме.

Анализ полученных данных обнаружил устойчивую корреляцию между обнаруженными островковыми образованиями на поверхности склонов микропиков, ростом величин токов растекания и адгезионными свойствами материала в точке эмиссии. Признаком ее обнаружения стало появление резистивного сдвига и пиков отрицательного дифференциального сопротивления (ОДС) в измеренных кривых ВАХ.

## РЕЗУЛЬТАТЫ

На рис. 3а и 3б представлены АСМ-изображение области, где была обнаружена точка эмиссии. Существенным морфологическим отличием для области возникновения спонтанных токов, как на исследованных образцах, так и по опыту предыдущих работ [17, 18], явилось наличие террасной поверхности и кратеров (рис. 3а). Область эмиссии на рис. 3а



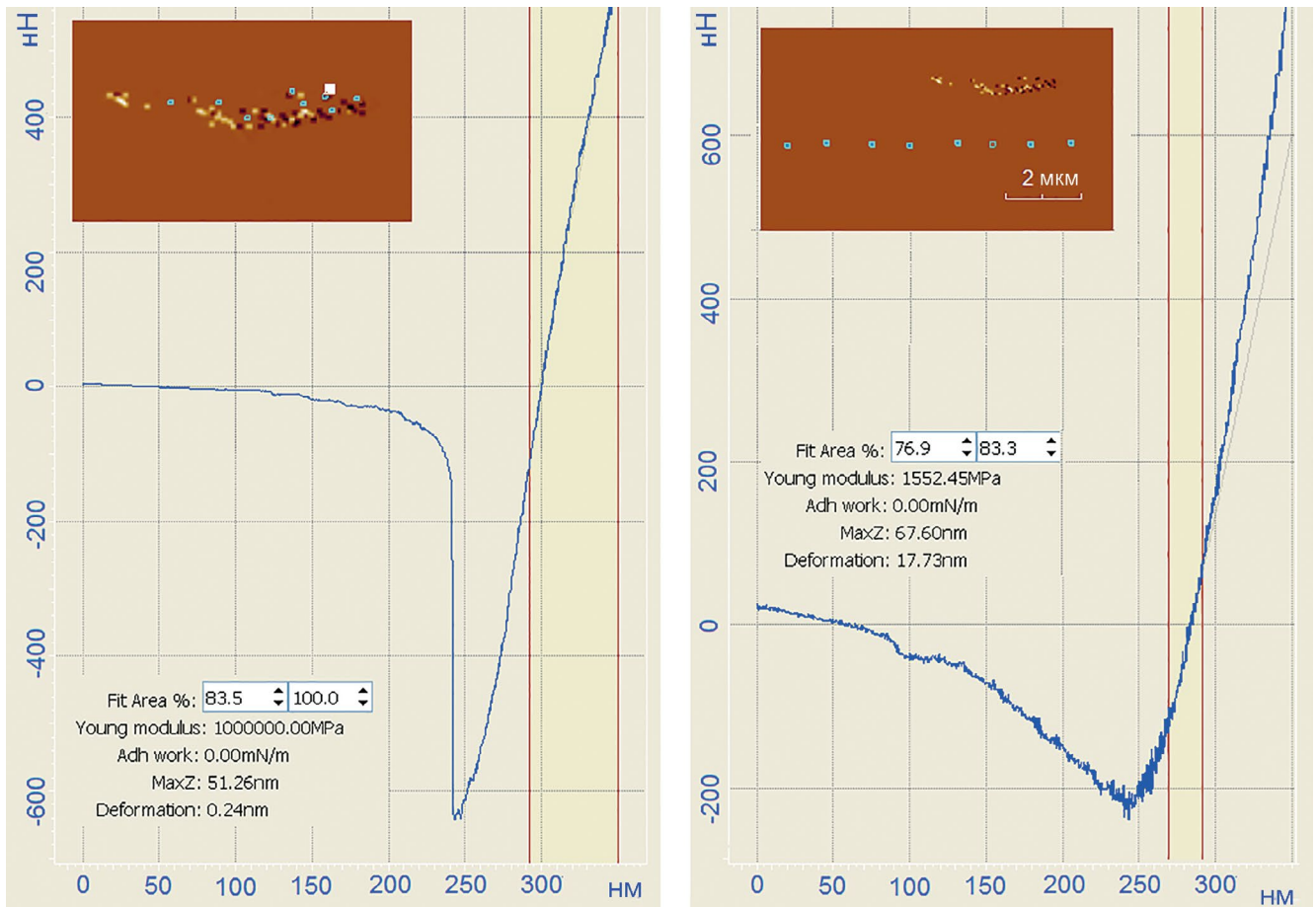


**Рис. 3.** АСМ скан ( $10 \times 10$  мкм) поверхности в зоне эмиссии, перекрестием отмечена область эмиссии (а); профиль поверхности в области эмиссии, стрелка обозначает положение обнаруженного эмиссионного образования (б); токи растекания в зоне эмиссии (в), стрелкой показана точка, где обнаружен резистивный сдвиг ВАХ; две кривые ВАХ в диапазоне напряжения от  $-10$  В до  $+10$  В (г): нижняя кривая — рост  $U$ , верхняя кривая — уменьшение  $U$ . В диапазоне  $U \sim 2-7$  В виден биполярный резистивный сдвиг и пики отрицательного дифференциального сопротивления.

выделена перекрестием. Токи растекания, измеренные методом токовой спектроскопии на том же поле образца, приведены на рис. 3в. Видно, что в области террасной поверхности рис. 3а находится зона повышенных значений токов растекания. Это обстоятельство стало указанием для проведения точечных измерений ВАХ.

На рис. 3в стрелкой показана точка измерения кривых ВАХ, которые приведены на рис. 3г. Сканирование напряжения в контактом режиме АСМ велось в диапазоне от  $-10$  В до  $+10$  В с шагом  $0.02$  В.

Длительность измерения в точке составляла  $5$  мс. Поперечный размер структуры, где измерялась ВАХ, составил  $\sim 90$  нм, а высота  $\sim 40-50$  нм (рис. 3б). Видно, что ток в системе «зонд-образец» при напряжении  $U \geq 6$  В начинает резко расти и достигает  $18$  нА при  $U = 10$  В. При  $U \sim 6-7$  В на кривой виден пик ОДС типичный для наноструктур фтор — графит [15]. С понижением напряжения кривая ВАХ демонстрирует биполярное резистивное смещение. Изменения в наноструктуре приповерхностного полупроводникового слоя  $\sim 2$  мкм, вызванные приложенным потенциалом,



**Рис. 4.** Силовые кривые, измеренные в разных точках. Слева: силовая кривая в точке (вставка — белый квадрат) в области повышенных токов растекания. Модуль Юнга —  $10^{12}$  Па. Справа: типичная силовая кривая для точек (вставка — синие квадраты), удаленных от области повышенных токов индукции. Модуль Юнга в этих точках  $\sim 1.55 \cdot 10^9$  Па.

инициируют устойчивую эмиссию электронов. Ток эмиссии на уровне 1–2 нА наблюдается при понижении напряжения до  $U \sim 2-3$  В. Такая величина тока при напряженности поля  $E \sim 1 \text{ В} \cdot \text{мкм}^{-1}$  (или  $100 \text{ кВ} \cdot \text{см}^{-1}$ ), соответствует типичным характеристикам низкопороговых наноуглеродных эмиттеров [14, 15, 19, 23].

Изучение микромеханических свойств области с выявленной эмиссионной структурой проводилось методом силовой спектроскопии в контактном режиме АСМ (статическая силовая спектроскопия) [21]. Для этого измерялась зависимость силы взаимодействия острия кантилевера с поверхностью образца от расстояния между ними. Силовые кривые подвода/отвода кантилевера, измеренные в различных точках выделенной области на поверхности образца приведены на рис. 4. Обработка полученных силовых кривых при помощи штатных программ АСМ позволила получить характеристику упругих и адгезионных свойств материала. На рис. 4 слева — силовая кривая в точке (белый квадрат на вставке), находящейся непосредственно в эмиссионной зоне. Модуль Юнга здесь составил  $10^{12}$  Па. Полученное

значение является характерным для углеродных наноструктур [22]. Для сравнения на рис. 4 справа показана типичная силовая кривая для ряда точек (синие квадраты на вставке), удаленных от области повышенных токов и точки эмиссии. Здесь измеренный модуль Юнга в точке  $\sim 1.55 \cdot 10^9$  Па, что на три порядка ниже по величине, чем в точке зоны МЭ на рис. 4 слева.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изучению МЭ в МПК посвящено множество работ [6–8, 11–13], однако локализацией центров эмиссии и их электрофизическими характеристикам не придавалось большого значения. Применение комплекса методов, описанных в данной работе, позволило локализовать и исследовать эту проблему в МПК эксперимента ЛНСб.

Полученные при помощи одного и того же кантилевера на одном поле АСМ-изображения структурные и электрофизические характеристики поверхности оказались точно привязаны к зоне с размерами в несколько микрон. В результате на катоде в центре

эмиссии удалось найти корреляции как электрофизических, так и структурных свойств медной фольги и продуктов осаждения из газовой смеси.

Обнаружение центра эмиссии подтверждается возникновением биполярного резистивного смещения ВАХ и пика отрицательного дифференциального сопротивления как идентификатора образования наноструктур фтор-графит. Присутствие на катоде подобной углеродной наноструктуры обычно связано с образованием центра полевой эмиссии [15, 18].

Полученные результаты отличаются хорошей воспроизводимостью через длительные промежутки времени (до 1 года!) между измерениями, что говорит об устойчивости спонтанно-образованных эмиссионных наноуглеродных структур.

Авторы глубоко благодарны сотрудникам ФГУП РФЯЦ-ВНИИЭФ (Саров) за помощь в проведении исследований. При их активном участии был выполнен комплекс исследований, результаты которого обсуждались выше.

Результаты получены при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (соглашение № 075-10-2021-115 от 13 октября 2021 г., внутренний номер 15.СИН.21.0021).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *The LHCb collaboration* // JINST. 2008. V. 3. Art. No. S08005.
2. *The CMS collaboration* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2002. V. 494. P. 504.
3. *Agosteo S., Alteri S., Belli G. et al.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2000. V. 452. P. 94.
4. *Suvorov V., Schneider T., Schmidt B. et al.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2003. V. 515. P. 220.
5. *Malter L.* // Phys. Rev. 1936. V. 50. P. 48.
6. *Albicocco F.P., Anderlini L., Anelli M. et al.* // JINST. 2019. V. 14. Art. No. P11031.
7. *Capeans M.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2003. V. 515. P. 73.
8. *Va'vra J.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2003. V. 515. P. 1.
9. *Flora M. Li., Waddingham R., Milne W.I. et al.* // Thin Solid Films. 2011. V. 520. P. 1278.
10. *Hurley R.E., Dooley P.J.* // J. Physics D. 1977. V. 10. P. 195.
11. *Ferguson T., Gavrilov G., Korytov A. et al.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2002. V. 488. P. 240.
12. *Acosta D., Apollinari G., Arisaka K. et al.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2003. V. 515. P. 226.
13. *Belostotski S., Frullani S., Gavrilov G. et al.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2008. V. 591. No. 2. P. 353.
14. *Захидов А.А., Образцов А.Н., Волков А.П., Ляшенко Д.А.* // ЖЭТФ. 2005. Т. 127. № 1. С. 100.
15. *Иванов А.И., Небогатикова Н.А. и др.* // ФТП. 2017. Т. 51. № 10. С. 1357.
16. *Acosta D., Appolinari G., Arisaka K. et al.* // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A. 2003. V. 515. P. 226.
17. *Бузoverya М.Э., Завьялов Н.В., Карпов И.А. и др.* // Ядерн. физ. и инж. 2018. Т. 9. № 4. С. 328; *Buzoverya M.E., Zavyalov N.V., Karpov I.A. et al.* // Phys. Atom. Nucl. 2019. V. 82. No. 9. P. 329.
18. *Arkhipov A.A., Buzoverya M.E., Karpov I.A. et al.* // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2023. V. 87. No. 11. P. 1737.
19. *Krel S.I., Arkhipov A.V., Gabdullin P.G. et al.* // Fuller. Nanotub. 2012. V. 20. No. 4–7. P. 468.
20. *Ferrari A.C., Meyer J.C., Scardaci V. et al.* // Phys. Rev. Lett. 2006. V. 97. Art. No. 187401.
21. *Burnham N., Colton R.J.* // J. Vac. Sci. Technol. 1989. A. V. 7. P. 2906.
22. *Jin-Wu Jiang* // Phys. Rev. B. 2009. V. 80. Art. No. 113405
23. *Obraztsov A.N., Zolotukhin A.A., Ustinov A.O.* // Carbon. 2003. V. 41. No. 4. P. 836.



## Searching for centers of point emissions on the cathode of a multiwire proportional chamber via atomic force microscopy

G. E. Gavrilo<sup>1,\*</sup>, M. E. Buzoverya<sup>2</sup>, A. Yu. Arkhipov<sup>2</sup>, A. A. Dzyuba<sup>1</sup>, I. A. Karpov<sup>2</sup>,  
O. E. Maev<sup>1</sup>, M. V. Suyasova<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *B. P. Konstantinov Petersburg Nuclear Physics Institute of National Research Center “Kurchatov Institute”,  
Gatchina, 188350, Russia*

<sup>2</sup> *Russian Federal Nuclear Center — All-Russian Research Institute of Experimental Physics,  
Sarov, 607189, Russia*

\*e-mail: gavrilo<sub>ge</sub>@pnpi.nrcki.ru

Spontaneous self-sustained currents on the cathodes of multiwire proportional chambers pose a problem for detectors in experiments at the Large Hadron Collider with prolonged exposure to radiation. The nature of spontaneous currents is studied using samples of a chamber cathode on which such currents occurred. A set of atomic force microscopy procedures for detecting and studying point emission centers is developed.